SNI

SNI 6989.69:2009

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah – Bagian 69: Cara uji kalium (K) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar Isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 2
4 Pengendalian mutu 5
5 Rekomendasi 5
Lampiran A (normatif) Pelaporan 6
Bibliografi 7

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-2427-1991, *Metode pengujian kalium dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005)*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam dalam rapat konsensus Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait pada tanggal 4 September 2006 di Serpong dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 24 Juli 2007 sampai dengan 24 September 2007 serta tahap pemungutan suara pada tanggal 23 Desember 2008 sampai dengan tanggal 23 Februari 2009.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.69:2009 ini, maka penerapan SNI 06-2427-1991, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Air dan air limbah – Bagian 69: Cara uji kalium (K) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

1 Ruang lingkup

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam kalium (K) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala dengan kisaran 0,1 mg/L sampai dengan 2 mg/L pada panjang gelombang 766,5 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
air bebas mineral
air yang diperoleh dengan proses penyulingan atau proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2 μS/cm

2.2
blind sample
larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

2.3
kalium terlarut
kalium dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.4
kalium total
kalium yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

2.5
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.6
larutan asam nitrat 1:1
larutan dibuat dengan melarutkan satu bagian HNO_3 pekat dengan satu bagian air bebas mineral

2.7
larutan blanko
air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.8
larutan induk logam kalium (K)
larutan yang mempunyai kadar logam kalium 100 mg K/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

2.9
larutan baku logam kalium (K)
larutan induk logam kalium yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

2.10
larutan kerja logam kalium (K)
larutan baku logam kalium yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.11
larutan pencuci
larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.12
larutan pengencer
larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

2.13
spike matrix
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Analit logam kalium dalam nyala udara asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.2 Bahan

a) air bebas mineral;
b) asam nitrat (HNO_3) p.a;
c) serbuk kalium klorida (KCl) p.a;
d) saringan membran berpori 0,45 μm.
e) gas asetilen (C_2H_2) HP dengan tekanan minimum 100psi;
f) larutan pengencer HNO_3 0,05 M; dan
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
g) larutan pencuci HNO_3 5% v/v
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
h) udara tekan.

3.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
b) lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*/HCL) kalium (K);
c) labu ukur 50,0 mL, 100,0 mL, dan 1000,0 mL;
d) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 50,0 mL;
e) gelas piala 100 mL;
f) botol polyethylene;
g) kaca arloji;
h) pemanas listrik;
i) seperangkat alat saring vakum;
j) saringan membran dengan ukuran pori 0,45μm;
k) labu semprot; dan
l) timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g;

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

CATATAN Cuci semua peralatan gelas dan plastik dengan larutan pencuci.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera di uji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (*polyethylene*)
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan asamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2. b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga pH lebih kecil dari 2.
Lama penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi penyimpanan	:	Suhu ruang

CATATAN Bila kalium terlarut yang akan diuji, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji kalium terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji kalium total

Siapkan contoh uji untuk pengujian kalium total, dengan tahapan sebagai berikut:

a) homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
b) tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
c) panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
d) jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
e) bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
f) pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral dan dihomogenkan;
g) contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam kalium (K) 100 mg K/L

a) timbang ± 0,190 g KCl (yang telah dikeringkan pada suhu 110 °C), masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL (0,190 g KCl ≈ 100 mg/L);
b) larutkan dengan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan;
c) hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg K/L siap pakai.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam kalium (K) 10 mg K/L

a) pipet 10,0 mL larutan induk kalium 100 mg K/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera, lalu homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja logam kalium (K)

Buat deret standar dengan 1 (satu) blanko dan minimal 5 (lima) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:
a) operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran kalium;

CATATAN Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.

b) aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol;
c) aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 766,5 nm, kemudian catat;
d) lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer;
e) buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;
f) jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 c) sampai dengan d) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar kalium dengan tahapan sebagai berikut:
a) aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 766,5 nm;

CATATAN 1 Bila hasil pengukuran untuk kobal terlarut diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.1.

CATATAN 2 Bila hasil pengukuran untuk kobal total diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.2.

b) catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar logam kalium (K) (mg/L)} = C \times fp \quad (1)$$

Keterangan:
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4 Pengendalian mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur dan alat gelas yang terkalibrasi.
d) Cuci semua peralatan gelas atau plastik dengan larutan pencuci.
e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
f) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
g) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersep lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*/RPD) lebih besar dari 5 %, maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD

$$\%\,\mathrm{RPD} = \frac{\left|\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}\right|}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \times 100\,\% \qquad (2)$$

j) Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per batch atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk spike matrix adalah 85 % sampai dengan 115 % dan untuk standar kerja 90 % sampai dengan 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%\,\mathrm{R} = \left(\frac{\mathrm{A} - \mathrm{B}}{\mathrm{C}}\right) \times 100\,\% \qquad (3)$$

Keterangan:
A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*)(mg/L);
B adalah kadar contoh uji (mg/L);
C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Kadar *spike matrix* yang ditambahkan maksimum 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah di-*spike* berada pada kisaran rentang pengukuran

5 Rekomendasi

a) Lakukan analisis *blind sample*.
b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

a) Tanggal penerimaan contoh uji.
b) Nomor contoh uji.
c) Parameter yang dianalisis.
d) Nama analis.
e) Tanggal analisis.
f) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
g) Rekaman kurva kalibrasi.
h) Batas deteksi.
i) Rekaman hasil perhitungan.
j) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
k) Kadar analit dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

Bibliografi

Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21st. Edition, 2005, Method 3111.

Komite Akreditasi Nasional, SR 02, *Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi*, 2004.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2009

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id

© BSN 2009